

Thermally conducting electrically insulating pressure sensitive adhesive

Patent Number: EP0566093

Publication date: 1993-10-20

Inventor(s): WEBB RICHARD J C O MINNESOTA M [US]; MOON JOHN D C O MINNESOTA MINI [US]; WARD GENE R C O MINNESOTA MINI [US]

Applicant(s): MINNESOTA MINING & MFG [US]

Requested Patent: JP6088061

Application Number: EP19930106076 19930414

Priority Number (s): US19920868777 19920415

IPC Classification: C09J7/02

EC Classification: C09J4/00, C09J7/02F2D, C09J133/06B

Equivalents: CA2093191

Cited Documents: EP0436159; EP0296577; WO8700191; EP0194706; EP0429027; JP4153286

Abstract

A thermally conductive, electrically insulative pressure sensitive adhesive is provided. The adhesive comprises a (1) polymer prepared from an alkyl acrylate or methacrylate having from 1 to 12 carbons in the alkyl group and a polar comonomer, and (2) from 20 to 400 parts by weight per 100 parts by weight of the monomers of thermally conductive, electrically insulative particles. The particles are randomly dispersed throughout the polymer. The adhesive may be provided in the form of a transfer tape.

Data supplied from the esp@cenet database - I2

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-88061

(43)公開日 平成6年(1994)3月29日

(51)Int.Cl. ⁵	識別記号	序内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 9 J 133/08	J D C	7921-4 J		
7/02	J J W	6770-4 J		
	J K K	6770-4 J		
H 0 1 B 17/56	A	8410-5 G		

審査請求 未請求 請求項の数 2(全 8 頁)

(21)出願番号	特願平5-87180	(71)出願人	590000422 ミネソタマイニング アンド マニュファクチャリング カンパニー アメリカ合衆国, ミネソタ 55144-1000, セント・ポール, スリーエム・センター (番地なし)
(22)出願日	平成5年(1993)4月14日	(72)発明者	リチャード・ジェイムズ・ウェップ アメリカ合衆国55144-1000ミネソタ州セント・ポール、スリーエム・センター(番地の表示なし)
(31)優先権主張番号	8 6 8 7 7 7	(74)代理人	弁理士 青山 保 (外2名)
(32)優先日	1992年4月15日		
(33)優先権主張国	米国 (U S)		

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 熱伝導電気絶縁テープ

(57)【要約】

【構成】 (a)(i)アルキル基中に1~12個の炭素原子を有するアルキルアクリレートまたはメタクリレート、および(ii)アルキルアクリレートまたはメタクリレートと共に重合可能な極性モノマーを含有するモノマー混合物から調製されるポリマー、および(b)該モノマー混合物100重量部に対して約20~約400重量部のポリマー中にわたってランダムに分散された熱伝導電気絶縁粒子、を含有する熱伝導電気絶縁感圧接着剤。

【効果】 低い熱抵抗、高エネルギー表面に対する良好な接着性および電気絶縁特性を有する、感圧接着剤の形態における単純で効果的な接合系が提供された。

1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 (a)(i)アルキル基中に1~12個の炭素原子を有するアルキルアクリレートまたはメタクリレート、および(ii)アルキルアクリレートまたはメタクリレートと共に重合可能な極性モノマーを含有するモノマー混合物から調製されるポリマー、および(b)該モノマー混合物100重量部に対して約20~約400重量部のポリマー中にわたってランダムに分散された熱伝導電気絶縁粒子、を含有する熱伝導電気絶縁感圧接着剤。

【請求項2】 請求項1記載の熱伝導電気絶縁感圧接着剤の層を有する支持表面を有する接着テープ。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は熱伝導電気絶縁粒子を含有する感圧接着剤およびこのような接着剤から作製した転写テープに関する。本発明の接着剤は、高エネルギー表面を含む種々の表面に優れた接着性を示し、電子部品のアセンブリに特に有用である。

【0002】

【従来の技術】 電子部品のアセンブリでは、接触部分において熱伝導電気絶縁層の使用がしばしば必要とされる。例えば、このような層は、光電池濃縮機(concentrator)セル、ハイブリッドパッケージ、マルチチップモジュール、可撓性回路、およびプラスチックおよび金属密封された集積回路を含む種々の電子部品に対するヒートシンクの取り付けのために必要とされる。このような用途におけるこの層の機能は熱に感受性である電子部品からヒートシンクへ熱を逃がす伝導のための熱移動媒体を提供することにある。

【0003】 このような部品の取付には2種様ある。第1の態様は、部品を機械的に固定し、熱伝導および電気絶縁を提供するように接触する点においてラミネートまたはコンポジット構造を提供するものである。

【0004】 このような機械的に固定された構造は米国特許第4,574,879号(デグレー(DeGree)ら)、米国特許第4,810,563号(デグレー(DeGree)ら)、米国特許第5,011,870号(パターソン(Peterson))および米国特許第4,869,954号(スクイチエリ(Squitieri)に記載されている。部品の機械的な固定には数段階の工程を要し、特に電子部品が小さくなるにしたがって、時間を要する。

【0005】 他の態様は、熱伝導および電気絶縁を提供するように処方された接着剤で部品を接着接合する方法である。このタイプの接着剤は当業者に知られているけれども、いくつかの欠点を有する。ある場合には、機械的な固定に必要とされる余分な部品および操作が排除されるので、このような接着剤の使用は機械的に固定される部品よりも好ましい。

【0006】 米国特許第4,548,862号(ハートマン(Hartman))には、強磁性核およびアルミニウム、ジルコニア、酸化亜鉛または酸化錫のような電気絶縁表面を有する粒子の

2

ブリッジを有する感圧接着剤層を有する熱伝導電気絶縁テープが開示されている。このブリッジは面から面へのテープの厚さを貫通して伸びる。粒子は層の10体積%を下回る量で存在し、このような量では多くの用途、特に電子的な用途のために適切な熱伝導性を提供しない。この発明の必須要件は磁場を用いて粒子を揃え、ブリッジを形成させることである。磁場を付与した後のみにおいて、接着剤は意図する用途に用いられる。

【0007】 米国特許第4,772,960号(ダン(Dunn)ら)には、熱を生成する電気部品をヒートシンクに取り付けるのに有用な熱伝導接着剤組成物が記載されている。これは30~80重量%の粉末状アルミニウムフィラー、少なくとも1種の重合性アクリレートエステルモノマー系、フリーラジカル開始剤および、必要に応じて金属キレーター(chelator)を含有する。粉末状アルミニウムフィラーはアルミニウム元素金属または無水酸化アルミニウムであります。接着剤は接合される表面の片面または両面に設けられ、この表面は相互に合わされ、そして、この接着剤は「プライマーを用いるかまたは酸素の遮断により硬化させられる」(第2欄、第67~68行)。このような接着接合系は激しい労力およびこの接着剤が硬化するまでの間、部品を締め付けておくことを要する。

【0008】 CHR工業社(CHR Industries, Inc.)のフロン(Furon)部門はTR-3テープと呼ばれる熱伝導感圧接着転写テープを市販している。このTR-3テープは熱硬化性高温特性アクリル感圧接着剤からなると考えられる。接着剤のアクリル部分はメチルアクリレートと2-エチルヘキシリアクリレートとのコポリマーであると考えられる。この接着剤処方は極性モノマーを含まない。TR-3テープの主な欠点は高エネルギー表面に対して平均的な接着しか示さないことがある。

【0009】 コメリックス社(Chomerics, Inc.)は、酸化アルミニウムが充填され、厚さ0.002インチ(0.050mm)のアルミニウムキャリア上に被覆された感圧アクリル接着剤であるサーマタッチ(Thermattach)405を市販している。この接着剤の技術報告書にはアルミニウムホイルは電気的絶縁が必要とされない用途において熱伝導性を付与するために提供されたと記載されている。したがって、サーマタッチ405は電気絶縁用ではない。

【0010】 A.I.テクノロジー社(A.I. Technology, Inc.)は、ヒートシンク、部品および基材を接合するための低接着力熱可塑性フィルム接着剤、TP7208、を市販している。TP7208は粘着性感圧電気絶縁非硬化フィルム接着剤と考えられる。この接着剤は2-エチルヘキシリアクリレートとアクリルアミドとのポリマーと考えられる。この接着フィルムは直径2ミクロンのグラスファイバーから作製された織りスクリムを含む。この接着剤の主な欠点は低い2時間室温接着を示すことである。また、TP7208は液状で用いると記載されている。

【0011】 したがって、低い熱抵抗、高エネルギー表

50

面に対する良好な接着性および電気絶縁特性を有する、感圧接着剤の形態における単純で効果的な接合系を提供することは有用である。さらに、フィルムまたはテープ形態の感圧接着剤を提供することも有用である。また、別個の硬化工程または接合部分の機械的な固定工程を必要としない接合系を提供すること、および、液体接着剤を均一な層に伸ばす困難な試みを要しない、良好に制御された厚さの、薄い接着剤層を提供することも有用である。このような接合系は時間と労力の節約を提供する。

【0012】

【発明の要旨】本発明によれば、(a)アクリレートポリマーおよび(b)ポリマーにわたってランダムに分散された熱伝導電気絶縁粒子を含有する熱伝導電気絶縁感圧接着剤が提供される。アクリレートポリマーは、(i)アルキル基中に1~12個の炭素原子を有するアルキルアクリレートまたはメタクリレートおよび(ii)アルキルアクリレートまたはメタクリレートと共に重合可能な極性モノマー、を含有するモノマー混合物から調製される。熱伝導電気絶縁粒子はモノマー混合物100重量部に対して20~400重量部を占める。

【0013】本発明の感圧接着剤は高エネルギー表面を含む種々の表面に対して優れた接着性を有する。またこれは、熱の移動に対する低い抵抗を有する接着剤接合を提供する。これは、その接着剤層の高い熱伝導性に起因する。

【0014】また、本発明の接着剤は電気的に絶縁性であり、高い放電電圧を示す。したがって、この接着剤は未放電の高電圧に耐える。

【0015】さらに、本発明の接着剤はテープ(例えば、転写テープ)の形態で提供され、用いる場合に、制御された厚さの接着剤の層を提供する。このことにより、接合される表面上に均一に接着剤の層を広げる必要が排除され、均一な厚さの予め形成された接合層が提供される。本発明の転写テープは、剥離ライナーを除く他の層を有しない接着剤から本質的に構成されることが好ましい。

【0016】

【発明の構成】モノマー混合物のアルキルアクリレートまたはメタクリレートはアルキル基中に1~12個の炭素原子を有する。好ましくは、それはアルキル基中に4~12個の炭素原子を有する。

【0017】本発明を実施するのに好ましいアルキルアクリレートまたはメタクリレートは知られている。それは、ブチラクリレート、ヘキシルアクリレート、2-エチルヘキシルアクリレート、オクチルアクリレート、イソオクチルアクリレート、デシルアクリレート、ドデシルアクリレートからなる群から選択されうる。モノマー混合物中の極性モノマーの存在は本発明の実施の必須要件である。極性モノマーにより高い接着性、凝集力および剪断強度を示す強い接着剤の調製が可能となる。

【0018】本発明に有用な極性モノマーには広範囲の材料が含まれる。このような材料の例は、アクリル酸および無水物、メタクリル酸および無水物、イタコン酸および無水物、マレイン酸および無水物などのカルボン酸およびそれらの対応する無水物である。他の有用な極性モノマーの例にはシアノアルキルアクリレート、アクリルアミド、置換アクリルアミド、N-ビニルビロドン、N-ビニルカプロラクタム、N-ビニルビペリジン、アクリロニトリルなどの窒素含有材料が含まれる。他の有用な極性モノマーにはヒドロキシアルキルアクリレート、塩化ビニル等が含まれる。

【0019】典型的には、アルキルアクリレートまたはメタクリレートはモノマー混合物の100重量部に対して約50~約98(好ましくは約70~約97)重量部の量で存在する。対応して、極性モノマーは、典型的には、モノマー混合物の100重量部に対して約50~2(好ましくは30~約3)重量部の量で存在する。しかしながら、アクリル酸のような酸含有モノマーを用いる場合は、極性モノマーの好ましい量はモノマー混合物の100重量部に対して、約6~約20重量部の範囲である。

【0020】多くの熱伝導電気絶縁粒子が本発明に用いられるのに有用である。例えば、これらには酸化アルミニウム、窒化アルミニウム、二酸化チタン、窒化ボロン、および窒化ケイ素が含まれる。好ましい粒子は、その入手容易性および低い価格のために酸化アルミニウムから作製される。

【0021】典型的には、これらは約0.5~約250ミクロン、好ましくは約1~約100ミクロン、そしてより好ましくは約10~約70ミクロンの粒子寸法を有する。好ましくは、粒子はモノマー混合物100重量部に対して約80~約250重量部の量で存在する。粒子はいかなる形状、例えば、球状、針状またはフレーク状、をも有しうる。形状の選択は、選択された接着剤樹脂のレオロジーおよび最終的な樹脂/粒子混合物の処理の容易性に依存する。異なる寸法、形状および型の粒子の組み合わせが本発明に用いられる。

【0022】重合は種々の方法により行いうる。このような方法の例には、熱、電子線、 γ 照射またはイオン化照射が含まれる。照射を用いる場合は、窒素、二酸化炭素、ヘリウム、アルゴンなどの不活性雰囲気を用いて酸素の不存在下で行うことが好ましい。液体重合性混合物を固体シート材料の層の間に挟み、このシート材料を通して照射することによっても酸素を排除することができる。重合中に照射が被覆全体中を通過するような材料を選択するために注意を要する。

【0023】重合を促進するために開始剤を用いうる。好ましい開始剤には熱開始剤および光開始剤が含まれる。有用な熱開始剤は知られている。これらには、アゾビス(イソ-ブチロニトリル)のようなアゾ化合物、t-ブチルヒドロバーオキシドのようなヒドロバーオキシド、

ベンゾイルバーオキシドまたはシクロヘキサンバーオキシドのようなバーオキシドのようなフリーラジカル開始剤、およびバースルフェート/ビスルファイトの組み合わせ、バーオキシド/t-アミンの組み合わせのようなレドックス触媒またはフリーラジカル重合を開始させる他のレドックスの組み合わせが挙げられる。

【0024】有用な光開始剤の例には、アシロイン(acyloin)エーテル(例えば、ベンゾインエチルエーテル、ベンゾインイソプロビルエーテル、アニソイン(anisoin)エチルエーテルおよびアニソインイソプロビルエーテル)、置換アシロインエーテル(例えば、 α -ヒドロキメチルベンゾインエチルエーテル)、マイケルケトン(4,4'-テトラメチルジアミノベンゾフェノン)、2,2-ジメトキシ-2-フェニルアセトフェノン(例えば、サルトマー(Sartomer)由来のKB-1またはチバ-ガイギー(Ciba-Geigy)由来の「イルガキュア(Irqacure)」651)などが含まれる。

【0025】どのような開始剤が用いられる場合でも、開始剤はモノマー混合物100重量部に対して約0.01~5重量部の量で典型的に存在する。

【0026】いくつかの感圧接着剤用途のためには架橋させることが望ましい。これは光開始剤と組み合わせて架橋剤を添加することにより行われる。いくつかの有用な架橋剤は光重合開始剤としても機能する。2,4-ビス(トリクロロメチル)-6-p-メトキシスチリル-s-トリアジンはこのような架橋剤の例である。他の望ましい架橋剤にはベンズアルデヒド、アセトアルデヒド、アントラキノン、置換アントラキノン、種々のベンゾフェノン型化合物およびある種のクロモフォア置換ビニル-ハロメチル-s-トリアジンのような光活性架橋剤が含まれる。熱活性化された架橋剤もまた用いられる。これらにはアルキル基中に1~4個の炭素原子を有する低級アルコキシレート化アミノホルムアルデヒド縮合物が含まれ、例えば、ヘキサメトキシメチルメラミン(アメリカン・シアナミド社より「シメル(Cymel)」303として入試可能)またはテトラメトキシメチル尿素(アメリカン・シアナミド社より「ビートル(Beetle)」65として入手可能)またはテトラブロキシメチル尿素(「ビートル」85)が含まれる。他の有用な架橋剤には1,6-ヘキサンジオールジアクリレート、トリブロビレングリコールジアクリレート等のような多官能アクリレートが含まれる。典型的には、架橋剤はモノマー混合物100重量部に対して約0.01~5重量部の量で存在する。

【0027】フィラー、増粘剤、顔料のような他の添加剤もまたそれらが接着剤の熱移動特性を阻害せず、接着剤を導電性としない限りにおいて添加しうる。

【0028】本発明のテープは、硬化していない感圧接着剤中に粒子を混合し、この混合物を剥離ライナーのような支持表面上に被覆し、この感圧接着剤を硬化させることにより、ここで説明するように調製する。接着剤層は溶液またはエマルジョンより、またはそのまま無溶媒

反応性モノマーおよび/またはオリゴマーとして被覆されうる。感圧接着剤は転写テープを作製するために用いうる。さらに、これは凹部に接着剤を有するキャリアウェブを有するパターン化された転写接着剤を製造するためにも用いうる。

【0029】本発明の新規なテープは、部品のヒートシンクへの貼り付け、およびヒートシンクのハイブリッドパッケージ、マルチチップモジュール、セラミック、プラスチックおよび金属集積回路パッケージへの取り付け、およびソーラー濃縮機セルおよび可撓性回路のアセンブリのような多くの電子アセンブリの局面(facet)に用いうる。また、これはアセンブリが後に締め付けられまたは機械的に固定される場合の一時的な固定デバイスの用途に用いられ、その際には、その場に残ったテープはアセンブリ部品の間に低抵抗熱経路を提供する。

【0030】

【試験法】本発明を評価するのに以下の試験を用いた。

【0031】

【熱抵抗】熱抵抗は系の熱移動特性の測定に好ましい方法である。それが完成したアセンブリに用いられた場合の接着剤層の熱特性を示すからである。他方、熱伝導性は接着剤の体積伝導性のみの指標であり、接着剤が2つの熱移動表面を接合するのに用いる場合に存在する界面抵抗を反映しない。薄い接着剤層で作製されるアセンブリでは、界面抵抗が接着ジョイントの合計抵抗の50%までも占めうる。

【0032】本発明の熱抵抗は以下の試験法により測定される。簡単には、TO-220パッケージ中のトランジスタが試験される接着剤で締め付けまたは機械固定なしでアルミニウムヒートシンクに接着接合される。

【0033】一定量の出力をトランジスタに供給し、トランジスタおよびヒートシンクの間の温度の差を測定した。トランジスタの温度は、トランジスタパッケージの金属ベースにスポット溶接された直径0.13mmのワイヤーを有するK型熱電対で測定した。ヒートシンクの温度は、熱移動表面に対して垂直にヒートシンクの中心を通してドリル穴あけした0.8mmの穴の内部に熱電対を押し付けることにより測定した。熱電対を一对のねじで固定し、熱移動表面に極近接して保持した。トランジスタをヒートシンクに取り付ける場合に、ヒートシンク熱電対がトランジスタパッケージの中心の下となるよう位置させた。熱抵抗は以下の式により計算した。

【0034】熱抵抗 = $(T_2 - T_1)A/P$

[式中、 T_2 はトランジスタの温度であり、 T_1 はヒートシンクの温度であり、 A は熱移動面積であり、 P はトランジスタに供給された出力である。]

熱抵抗の単位は°C-cm²/ワットである。熱抵抗のすべての値を7ワットの見掛けの出力消失(power dissipation)について報告する。

50 【0035】

【平均放電電圧】ASTM試験法D-149により放電電圧値を決定した。

【0036】

【72時間室温時間】以下のようにして72時間室温接着を測定した。厚さ51ミクロン(2ミル)のノニオン化(non anodized)アルミニウムホイルを試験される接着フィルムにラミネートした。このように形成したコンポジットを25.4mm(1インチ)×152.4mm(6インチ)の小片に裁断し、このコンポジットの上を2kg(4.5lb)ゴム被覆スチールローラーを2回通過させることにより51mm(2インチ)×127mm(5インチ)アルミニウムパネルに接着した。室温(例えば、20°C)で約72時間後に、接着したパネルをインストロン(Instron)第1102型引貼試験機(カントン(C anton)、マサチューセッツのインストロン社、より入手可能)のような引貼試験機の上に挿み、30.5cm(12インチ)/分の分離速度で90°ビール接着を試験した。報告する接着性は2個の試験試料の平均とした。

【0037】

【70°C剪断接着】70°Cにおける剪断接着性を以下のようにして測定した。アルミニウム支持体上に25.4mm(1インチ)重ねた幅12.7mm(0.5インチ)に裁断した厚さ120ミクロン(5ミル)のアノード化アルミニウムホイルにラミネートされた転写テープを用いて、個々の12.7mm(0.5インチ)×25.4mm(1インチ)試験クーポンを調製した。72時間室温接着試験において上述のように接合を調製した。同様の試験クーポンを70°Cに保ったオープン中でテープの開放された端に取り付けた500gの重りとともに垂直から2°の角度で挿んだ。剥落(failure)までの時間を分において測定した。1,000分間剥落が生じなかった場合に、試験を打ち切った。

【0038】

【実施例】以下の実施例により本発明をさらに説明するが、これらは本発明の視野を限定するものと解されるべ

きでない。特に断らない限り、以下の実施例で用いられるすべての部および%は重量部および重量%である。

【0039】

【実施例1～16】本発明により接着剤を調製した。イソオクチルアクリレート(IOA)およびIOA100部に対して0.04部の光開始剤[2,2-ジメトキシ-2-フェニルアセトフェノン(「イルガキュア」651として入手可能)]の混合物を室温(RT)で約2000cpsの粘度を有するシロップにまで部分的に光重合させた。このシロップ(45部)を30ミクロンの平均粒子寸法を有するアクリル酸(AA)および酸化アルミニウム(Al₂O₃)と組み合わせることにより100部の重合性組成物を提供した。得られた組成物を十分ブレンドされるまで混合した。この組成物に、架橋剤[トリプロピレングリコールジアクリレート(TPGDA)]とともに追加の光開始剤(イルガキュア651)を加え、ブレンドされるまで混合した。次いで、混合物を脱ガスした。次いで、この粒子を含むブレンドを2枚のシリコーン剥離処理UV透過ポリエチルフィルムに所望の厚さで被覆した。次いで、得られるコンポジット構造を両側からポリエチルフィルムを通して約3分間(実施例1～5および9～16)および約6分間(実施例6～8)フォーティシックス(forty-six)20ワットブラックライト蛍光ランプのバンク(bank)に両側において10cmの距離から同時に露出することにより、被覆を感圧接着剤状態に光重合させた。次いで、このテープを熱抵抗、放電電圧、72時間室温接着および70°C剪断について上述のように評価した。種々の成分の量および試験結果を以下の表1に示す。ポップオフ(popoff)(PO)は、接着剤が接着剤/基材界面において剥落し、接着剤が基材から完全に落ちた状態を意味する。凝集剥落(CAF)は、接着剤が内部で破壊され、残渣が基材の上に残された状態を意味する。

【0040】

【表1】

表 1

実施例 No.	部 AA	部 TPGDA	部 Al ₂ O ₃	接着剤厚さ (μ)	熱抵抗 [($^{\circ}$ C·cm ²)/W]	平均放電電圧 (kV/ミク)	72時間室温接觸 (N/100mm)	10°C剪断 (分)	(6)	
									試験せず	39.4
1	90.4	9.6	0.6	248	140	3.1	試験せず	39.4	10,000+	
2	92.8	7.2	0.6	248	160	3.2	試験せず	32.8	10,000+	
3	88.6	11.4	0.5	167	150	3.9	試験せず	60.2	10,000+	
4	94.0	6.0	0.5	167	150	4.5	試験せず	40.5	10,000+	
5	88.6	11.4	0.4	122	140	4.9	試験せず	73.3	10,000+	
6	91.0	9.0	0.3	82	220	6.6	0.85	76.2	10,000+	
7	91.1	8.9	0.4	186	220	4.1	1.11	62.4	10,000+	
8	88	12	0.2	122	220	5.9	1.11	82.1	10,000+	
9	97	3	0.1	82	140	7.2	0.36	94.8	1 CAF	
10	97	3	0.1	186	140	4.7	0.44	74.4	1 CAF	
11	97	3	0.3	82	140	6.8	0.64	52.6	91 PO	
12	97	3	0.4	186	150	4.6	0.78	30.8	10,000+	
13	94	6	0.2	54	140	7.7	0.59	71.7	13.5 PO	
14	94	6	0.4	300	150	3.2	0.58	48.8	10,000+	
15	94	6	0	122	140	5.9	0.55	71.7	1 CAF	
16	94	6	0.2	122	70	2.7	0.67	42.7	2258 PO	

〔0041〕

〔実施例17～32〕種々の極性モノマー(N-ビニルカーラクタム、N-ビニルビロリドン、ジメチルアクリラミド)とイソオクチルアクリレート(IOA)とを用いて本発明の接着剤の試料を調製した。この接着剤を2種類の厚さ、51ミクロン(2ミル)および254ミクロン(10ミル)に被覆した。

〔0042〕100部のIOAおよび0.04部の2,2-ジメトキシ-2-フェニルアセトフェノン光開始剤(サルトマー由来のKB-1)とともに極性モノマー混合物をブレンドすること

により試料を調製した。この混合物を部分的に光重合することにより室温(RT)で約2000cpsの粘度を有するシリップとした。得られた混合物45部に0.25部の追加のKB-1を加え、次いで、0.15部の1,6-ヘキサンジオールジアクリレート(HDDA)および55部のAl₂O₃(30ミクロン)をさらに加え、良好に分散するまで混合した。粒子含有ブレンドを脱ガスし、2枚のシリコーン剥離処理UV透過ポリエスチルフィルムの間に所望の厚さで被覆した。次いで、得られたコンポジット構造を両側においてポリエスチルフィルムを通して厚い試料(250ミクロンを上回るもの)

(7)

11

については片側当たり500ミリジュール、そして薄い試料(75ミクロン未満)については片側当たり250ミリジュールに対して両側から同時に露出した。ここでも、コンポジット構造のそれぞれの側においてフォーティ-シックス20ワットブラックライト蛍光ランプのバンクを用い*

*ることにより接着剤を光重合させた。試験法についての記載通りに試料を試験した。接着剤処方の種々の成分の量および得られた試験結果を表IIに示す。

【0043】

【表2】

表 11

実施例 No.	部 10A	極性 モード	部 NVC ¹	極性 モード	部 HDDA	部 Al ₂ O ₃	接着剤厚さ (μ)	熱抵抗 [(°C·cm ² /W)]	72時間室温接着 (N/100mm)	70℃剪断 (分)	12	
											11	123.7
17	85	NVC ¹	15	0.3	122	300	11.4	123.7	10,000+			
18	85	NVC	15	0.3	122	60	3.4	100.7	10,000+			
19	80	NVC	20	0.3	122	290	0.7	108.9	10,000+			
20	80	NVC	20	0.3	122	70	4.2	85.9	10,000+			
21	75	NVC	25	0.3	122	280	9.9	71.2	12/10,000+			
22	75	NVC	25	0.3	122	70	3.5	57.8	10,000+			
23	70	NVC	30	0.3	122	290	0	47.1	10,000+			
24	70	NVC	30	0.3	122	60	4.6	42.4	20/10,000+			
25	75	NVP ²	25	0.3	122	290	9.7	84.3	10,000+			
26	75	NVP	25	0.3	122	70	3.1	69.0	10,000+			
27	75	DMA ³	25	0.3	122	270	9.1	90.3	10,000+			
28	75	DMA	25	0.3	122	60	2.9	78.3	10,000+			
29	85	NVC	15	0.3	122	290	10.3	52.0	28			
30	85	NVC	15	0.3	122	60	2.9	38.3	10,000+			
31	80	NVC	20	0.3	122	280	9.4	61.8	15/10,000+			
32	80	NVC	20	0.3	122	60	3.2	40.0	10,000+			

¹ NYC = N-ビニルカブロラクタム ² NVP = N-ビニルビロリドン ³ DMA = ジメチルアクリルアミド

【0044】

【実施例33および比較例1】テープを51ミクロン(2ミル)の厚さに被覆すること以外は実施例1~16で説明

した方法により実施例33のテープを調製した。(1)接着試験において裏層として127ミクロン(5ミル)のアノード化アルミニウムホイルを用い、接着剤される支持体を

13

アルミニウムとし、および(2)70°C剪断試験において100gの重りを用いたこと以外は試験法として上述の方法によりテープを試験した。結果を以下の表IIIに示す。

【0045】ニュー・ヘブン(New Haven)、コネチカット(Connecticut)にあるCHRディビジョン工業社(Division Industriis, Inc.)のフロン部門由来のTR-3テープである市販の感圧接着転写テープも試験した。TR-3テープは熱伝導電気絶縁転写テープであり、メチルアクリレート*

14

*と2-エチルヘキシルアクリレートとのコポリマーと考えられる。TR-3テープは51ミクロン(2ミル)の厚さを有し、57.7重量%の酸化アルミニウム粒子を含有する。実施例33と同様にしてテープを試験した。試験結果を以下の表IIIに示す。

【0046】
【表3】

表III

実施例 No.	熱抵抗 [(°C-cm ² /W)]	72時間室温接着 (N/100mm)	70°C剪断 (分)
33	2.1	97	10,000+
C-1	2.3	43	166

【0047】この結果は、本発明の接着剤が高エネルギー表面に対して良好な接着性を有し、優れた70°C剪断接着性を有することを示す。実施例33および実施例C-1の比較データは、本発明の接着剤が同等の熱抵抗を示すにも拘わらず、著しく良好な72時間室温接着および70°C剪断を有することを示す。

【0048】

【比較例2】A.I.テクノロジー社由来のTP-7208である※

20※市販の感圧接着テープを試験した。このテープは120ミクロンの厚さを有しており、約70重量%のフィラー/グラスファイバースクリム含有量を有する。試験の結果を表IVに示す。これらの結果は実施例1のタイプの試験結果と比較される。

【0049】
【表4】

表IV

実施例 No.	接着剤厚さ (μ)	熱抵抗 [(°C-cm ² /W)]	72時間室温接着 (N/100mm)	70°C剪断 (分)
1	140	3.1	39.4	10,000+
C-2	120	2.8	26.5	5 P.O.

【0050】比較データは、本発明の接着テープが高エネルギー表面に対して良好な接着性および優れた70°C剪断接着性を有することを示す。さらに、これは本発明の★

★接着テープが、同等の熱抵抗を示すにも拘わらず、実施例C-2の接着テープよりも著しく良好な72時間室温接着性および70°C剪断を有することを示す。

フロントページの続き

(72)発明者 ジョン・ダグラス・ムーン
アメリカ合衆国55144-1000ミネソタ州セント・ポール、スリーエム・センター(番地の表示なし)

(72)発明者 ジーン・リチャード・ワード
アメリカ合衆国55144-1000ミネソタ州セント・ポール、スリーエム・センター(番地の表示なし)